



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(54) Classification internationale des brevets ⁶ : C05F 3/00, C02F 9/00, 1/44		A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 97/28101
			(43) Date de publication internationale: 7 août 1997 (07.08.97)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR97/00166 (22) Date de dépôt international: 28 janvier 1997 (28.01.97) (30) Données relatives à la priorité: 96/01002 29 janvier 1996 (29.01.96) FR (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): RHONE POULENC CHIMIE [FR/FR]; 25, quai Paul-Doumer, F- 92408 Courbevoie Cédex (FR). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): LAMY, Pierre-Yves [FR/FR]; 37, route de Condrieu, F-38370 Saint-Clair-du- Rhône (FR). COMMUNAL, Jean-Pierre [FR/FR]; 50, rue Vèpres, F-38550 Le Péage-de-Roussillon (FR). (74) Mandataire: LE GUEN, Gérard; Cabinet Lavoix, 2, place d'Estienne-d'Orves, F-75441 Paris Cédex 09 (FR).		(81) Etats désignés: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, HU, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, brevet ARIPO (KE, LS, MW, SD, SZ, UG), brevet eurasiatique (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Publiée Avec rapport de recherche internationale.	

(54) Title: METHOD FOR TREATING AQUEOUS LIQUID EFFLUENTS CONTAINING ORGANIC AND INORGANIC MATERIALS TO ENABLE RECYCLING THEREOF

(54) Titre: PROCÉDE DE TRAITEMENT DES EFFLUENTS LIQUIDES AQUEUX CONTENANT DES MATIÈRES ORGANIQUES ET MINÉRALES EN VUE DE LEUR VALORISATION

(57) Abstract

A method for treating an aqueous liquid effluent containing organic and inorganic materials, particularly manure, said effluent having a dry matter content of at most 12 wt.%, in order to produce a purified aqueous liquid phase and a solid organic ameliorant and/or organic fertiliser, is disclosed. The method comprises subjecting the effluent to one or more primary liquid/solid separation steps and optionally one or more physico-chemical treatment steps to produce both a liquid medium containing no more than 3 wt.% of dry matter and having a turbidity of at most 300 NTU, and a group of concentrates containing at least 15 wt.% of dry matter in all; subjecting the resulting liquid medium to an ultra- or microfiltration step to produce an ultra- or microfiltrate containing no more than 1 wt.% of dry matter and having a turbidity of at most 100 NTU; subjecting the ultra- or microfiltrate to a reverse osmosis step to produce a concentrate and a permeate, which permeate forms the purified aqueous phase; optionally adding a particulate organic complement to the group of concentrates and mixing it therewith to produce a mixture containing 20-40 wt.% of dry matter, and carrying out aerobic fermentation of said mixture to produce an organic ameliorant and/or an organic fertiliser having a dry matter content of 40-60 wt.%.

(57) Abrégé

La présente invention concerne un procédé de traitement d'un effluent liquide aqueux contenant des matières organiques et minérales et notamment du lisier, cet effluent ayant une teneur d'au plus 12 % en poids en matières sèches, afin d'obtenir d'une part une phase liquide aqueuse épurée, et, d'autre part, un amendement organique et/ou un engrais organique solides, procédé qui comprend: la soumission de l'effluent à une ou plusieurs étapes de séparation liquide/solide primaire et éventuellement une ou plusieurs étapes de traitements physico-chimiques, ce en quoi on obtient d'une part un milieu liquide ne contenant pas plus de 3 % en poids de matières sèches et ayant une turbidité d'au plus 300 NTU et, d'autre part, un ensemble de concentrats contenant au total au moins 15 % en poids de matières sèches; la soumission du milieu liquide ainsi obtenu à une étape d'ultra- ou micro-filtration, ce en quoi on obtient un ultra- ou microfiltrat contenant au plus 1 % en poids de matières sèches et ayant une turbidité d'un plus 100 NTU; la soumission de l'ultra- ou du microfiltrat à une opération d'osmose inverse, ce en quoi on obtient un concentrat et un perméat, ce perméat constituant la phase aqueuse épurée; éventuellement l'addition et le mélange avec l'ensemble des concentrats d'un complément organique sous forme particulaire, de façon à obtenir un mélange contenant de 20 à 40 % en poids de matières sèches, et la fermentation aérobie dudit mélange jusqu'à obtenir un amendement organique et/ou un engrais organique ayant une teneur de 40 à 60 % en poids de matières sèches.

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Arménie	GB	Royaume-Uni	MW	Malawi
AT	Autriche	GE	Géorgie	MX	Mexique
AU	Australie	GN	Guinée	NE	Niger
BB	Barbade	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BE	Belgique	HU	Hongrie	NO	Norvège
BF	Burkina Faso	IE	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BG	Bulgarie	IT	Italie	PL	Pologne
BJ	Bénin	JP	Japon	PT	Portugal
BR	Brsil	KE	Kenya	RO	Roumanie
BY	Bélarus	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CA	Canada	KP	République populaire démocratique de Corée	SD	Soudan
CF	République centrafricaine	KR	République de Corée	SE	Suède
CG	Congo	KZ	Kazakhstan	SG	Singapour
CH	Suisse	LI	Liechtenstein	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	LK	Sri Lanka	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	LR	Libéria	SN	Sénégal
CN	Chine	LT	Lituanie	SZ	Swaziland
CS	Tchécoslovaquie	LU	Luxembourg	TD	Tchad
CZ	République tchèque	LV	Lettonie	TG	Togo
DE	Allemagne	MC	Monaco	TJ	Tadjikistan
DK	Danemark	MD	République de Moldova	TT	Trinité-et-Tobago
EE	Estonie	MG	Madagascar	UA	Ukraine
ES	Espagne	ML	Mali	UG	Ouganda
FI	Finlande	MN	Mongolie	US	Etats-Unis d'Amérique
FR	France	MR	Mauritanie	UZ	Ouzbékistan
GA	Gabon			VN	Viet Nam

Procédé de traitement des effluents liquides aqueux
contenant des matières organiques et minérales en vue de leur
valorisation.

La présente invention concerne un procédé de traitement des effluents liquides aqueux contenant des matières organiques et minérales en vue de leur valorisation. Elle concerne plus spécifiquement un procédé de traitement d'effluents liquides aqueux contenant des matières organiques et minérales afin d'obtenir, d'une part, une phase liquide aqueuse épurée et, d'autre part, un amendement et/ou un engrais agricole organique solides.

Elle concerne également l'application dudit procédé au traitement des déjections animales liquides et en particulier des lisiers d'animaux, notamment du lisier de porcs.

Elle concerne aussi l'application de ce procédé au traitement d'autres effluents comme les effluents provenant des industries agro-alimentaires.

D'une manière générale, la présente invention concerne un procédé de traitement d'un effluent liquide aqueux contenant des matières organiques et minérales ayant une teneur de 1 à 12 % en poids en matières sèches.

La production importante d'effluents aqueux d'origine agricole, notamment de lisier d'animaux, pose des problèmes de plus en plus graves à l'agriculture et aussi à la protection du milieu naturel notamment de cours d'eau et des nappes phréatiques. Des règlements de plus en plus sévères sont mis en place afin d'éviter les effets très négatifs de la pollution du milieu naturel due aux divers lisiers d'animaux.

La pollution engendrée touche l'ensemble du milieu naturel: air, eau, sol (eaux souterraines). Plus précisément, la pollution se manifeste:

- par les odeurs (matières organiques volatiles, H_2S , NH_3)
- par les rejets de nitrates (dans les eaux de surface et les eaux sous-

terraines)

- par les rejets de phosphates (essentiellement dans les eaux de surface par entraînement lors de ruissellement)
- au niveau bactériologique (lors d'épandages ou de transport des lisiers).

5

Pour l'heure, les procédés connus d'épuration de tels effluents présentent l'inconvénient de ne pas toujours traiter le problème dans son ensemble. Par exemple, les procédés biologiques de type nitrification/dénitrification produisent une boue biologique contenant la majeure partie des phosphates, l'utilisation de cette boue ne peut se faire de manière agronomique correcte qu'en épandage sur des surfaces équivalentes à celle d'un lisier brut. Il en est de même des procédés d'extraction et de déshydratation thermique de la matière organique volatile et des composés azotés ammoniacaux. Des systèmes combinant les procédés biologiques de digestion anaérobie et de déshydratation thermique utilisant le bio-gaz donnent lieu à des unités complexes opérant à très grande échelle. Ils nécessitent alors un centre collectif de traitement et un encombrement important des routes. Par ailleurs, ils présentent un facteur de contagion d'un élevage à l'autre nécessitant un entretien sanitaire strict du moyen de transport.

20

La présente invention se propose de résoudre les inconvénients sus-mentionnés. Dans ce but, la présente invention vise à fournir un procédé de traitement d'effluents aqueux contenant des matières organiques et minérales qui permette de valoriser dans leur ensemble ces effluents sur les lieux mêmes de leur production ou à proximité sans aucun transfert notable de pollution.

25

L'invention a ainsi pour objet un procédé de traitement d'un effluent liquide aqueux contenant des matières organiques et minérales et notamment du lisier, cet effluent ayant une teneur d'au plus 12 % en poids en matières sèches, afin d'obtenir d'une part une phase liquide aqueuse

30

épurée et, d'autre part, un amendement organique et/ou un engrais organique solides, procédé qui comprend :

- 5 - la soumission de l'effluent à une ou plusieurs étapes de séparation liquide/solide primaire et éventuellement une ou plusieurs étapes de traitements physico-chimiques, ce en quoi on obtient d'une part un milieu liquide ne contenant pas plus de 3 % et de préférence pas plus de 1 % et notamment pas plus de 0,7 % en poids de matières sèches et ayant une turbidité d'au plus 300 NTU, de préférence d'au plus 200 NTU, en particulier d'au plus 120 NTU et, d'autre part, un ensemble de concentrats contenant
- 10 au total au moins 15 % et de préférence au moins 20 % en poids de matières sèches ;
- la soumission du milieu liquide ainsi obtenu à une étape d'ultra- ou micro-filtration, ce en quoi on obtient un ultra- ou microfiltrat contenant au plus 1 % en poids de matières sèches et ayant une turbidité d'au plus 100 NTU,
- 15 de préférence d'au plus 50 NTU;
- la soumission de l'ultra-ou du microfiltrat à une opération d'osmose inverse, ce en quoi on obtient un concentrat et un perméat, ce perméat constituant la phase aqueuse épurée ;
- éventuellement l'addition et le mélange avec l'ensemble des concentrats
- 20 d'un complément organique sous forme particulière, de façon à obtenir un mélange contenant de 20 à 40 % en poids de matières sèches, et
- la fermentation aérobie (ou compostage) dudit mélange jusqu'à obtenir un amendement organique et/ou un engrais organique ayant une teneur de 40 à 60 % en poids de matières sèches.

25 Par phase aqueuse épurée, on entend une phase aqueuse dont les teneurs en azote et en phosphore sont sensiblement réduites par rapport à celles de l'effluent de départ. Ainsi, dans le cas où les matières organiques et minérales, notamment le lisier, contenues dans cet effluent comprennent 2 à 6 kg d'azote par m³ et 3 à 6 kg de P₂O₅ par m³, la phase

30 aqueuse épurée obtenue contient avantageusement moins de 20 %, en

particulier moins de 15 % en poids de l'azote du lisier et moins de 5 %, en particulier moins de 1% en poids du phosphore dudit lisier.

Il est à noter que les taux de matières sèches indiqués correspondent aux taux de matières sèches après passage à l'étuve pendant 24 heures, c'est-à-dire aux taux de matières sèches des produits desquels ont été retirés les matières volatilisées à 105° C pendant 24 heures.

Selon l'invention, la (les) étapes (s) de séparation liquide/-solide primaire peut (peuvent) comprendre au moins une étape de filtration dont le but est d'abaisser la teneur des matières sèches dans le milieu à un niveau au plus égal à 3 % en poids, avantageusement au plus égal à 1 % en poids, éventuellement après traitement ultérieur par des procédés physico-chimiques, afin de pouvoir traiter ensuite le milieu ainsi obtenu par ultra- ou microfiltration.

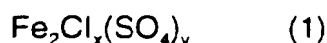
Cette étape de séparation liquide/solide primaire peut être réalisée à l'aide d'une filtration mécanique dont le seuil inférieur de coupure est en général compris entre 0,025 et 1 mm, préférentiellement entre 50 et 250 micromètres. Son but est d'abaisser sensiblement la teneur en matière en suspension de l'effluent. Les moyens utilisés à cette fin donneront préférentiellement un premier concentrat à siccité élevée. Cela peut être obtenu avec des équipements connus de l'homme de l'art. En particulier, une vis presseuse, une centrifugeuse ou encore préférentiellement un tambour rotatif avec extracteur en continu du concentrat. Préalablement, on peut en outre réaliser une étape de séparation liquide/solide grossière ou tamisage si l'effluent à traiter contient des particules solides de taille relativement importante qui handicaperaient l'équipement de filtration fine liquide/solide.

Le procédé selon l'invention comprend avantageusement un traitement physico-chimique de coagulation, et/ou floculation, en général à l'issue de l'étape précédente de séparation liquide/solide grossière, et/ou

juste avant une étape de filtration.

Ainsi, l'effluent provenant de l'étape de séparation liquide/solide grossière peut être traité à l'aide d'au moins un agent coagulant. Tout type d'agent coagulant peut être employé.

5 On peut ainsi utiliser au moins un agent coagulant minéral. De manière préférée, l'agent coagulant minéral est alors un sel de fer ou d'aluminium. Ce sel de fer peut répondre à la formule (1) suivante :

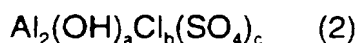


10

dans laquelle $0 \leq x \leq 6$, $0 \leq y \leq 3$ et $x+2y=6$.

De même ce sel d'aluminium peut répondre à la formule (2) suivante :

15



dans laquelle $0 \leq a \leq 6$, $0 \leq b \leq 6$, $0 \leq c \leq 3$ et $a+b+2c=6$.

L'agent coagulant minéral peut notamment être choisi dans le groupe formé par le chlorure ferreux, le chlorure ferrique, le sulfate ferreux, le sulfate ferrique, le chlorosulfate ferrique, les sulfates d'aluminium, les chlorosulfates d'aluminium basique. On peut employer un mélange d'agents coagulants minéraux. La quantité d'agent coagulant minéral employée est comprise, en général, entre 0,1 à 50 kg par m³ d'effluent, de préférence entre 1 et 15 kg/m³ d'effluent.

25

On peut également employer au moins un agent coagulant organique. Cet agent coagulant organique consiste habituellement en un polyélectrolyte neutre ou, de manière très préférée, cationique.

Les polyélectrolytes susceptibles d'être ainsi employés dans la présente invention sont notamment :

30

- les polyamines neutres et les polyamines quaternisées;

plus précisément on peut citer les polyalkylamines et les polyhydroxyalkylamines, neutres ou quaternisées; conviennent particulièrement les homopolymères suivants :

- . la polyéthylèneamine, le polychlorure
- 5 d'hydroxy-2-propyl-1-N-méthylammonium, le polychlorure d'hydroxy-2-propyl-1,1-N-diméthylammonium, le
- polyhydrogénosulfate de vinyl-2-imidazolinium, le
- polychlorure de diallyl-diméthyl-ammonium; on peut également citer le
- copolymère formé par l'acrylamide et le chlorure de diallyl-diméthylammonium;
- 10 . les polyaminoacrylates et les polyaminométhacrylates, et plus précisément les polydialkylaminoalkylacrylates et les polydialkylaminoalkylméthacrylates; à titre d'exemple, le poly-N,N-diméthylaminoéthylméthacrylate, neutre ou quaternaire, convient bien, que ce soit sous la forme de l'homopolymère ou
- d'un copolymère avec l'acrylamide;
- 15 . les polyaminoacrylamides et les
- polyaminométhacrylamides, et plus précisément les polydialkylaminoalkylacrylamides ou -méthacrylamides; à titre d'exemples, on peut citer les
- poly-N-diméthylaminopropylméthacrylamides
- 20 poly-N-diméthylaminoéthylacrylamides.

On peut utiliser un mélange d'agents coagulants organiques. La quantité d'agent coagulant organique susceptible d'être employée est comprise, en général, entre 0,1 et 5 kg/m³ d'effluent.

- On emploie, de préférence, au moins un agent coagulant
- 25 minéral et au moins un agent coagulant organique.

- L'agent coagulant ou le mélange d'agents coagulants peut
- être utilisé en présence d'au moins un acide de manière telle que sa mise
- en oeuvre s'effectue à la valeur de pH du milieu réactionnel optimale. La
- Demanderesse a constaté que l'adjonction d'acide permet, notamment dans
- 30 le cas de lisiers d'animaux, de réduire sensiblement la quantité d'agent(s)

coagulant(s).

En particulier pour les lisiers d'animaux, l'acide est préférentiellement de l'acide sulfurique, qui présente un double avantage:

- celui de modifier l'équilibre des sels d'ammonium vers le sulfate d'ammonium plus stable chimiquement et thermiquement que le carbonate d'ammonium (ou bicarbonate d'ammonium);
- l'élément sulfate est agronomiquement valorisé dans le produit final solide obtenu à partir des divers concentrats issus du traitement de l'effluent liquide.

De manière très avantageuse, on emploie un mélange formé d'au moins un agent coagulant minéral, d'au moins un agent coagulant organique (de préférence un polyélectrolyte cationique) et d'au moins un acide (de préférence de l'acide sulfurique), et éventuellement de l'eau

L'étape de coagulation est effectuée de préférence sous agitation.

L'étape de coagulation constitue une étape de conditionnement de l'effluent à traiter. De plus, la Demanderesse a constaté que cette étape conduisait à la précipitation des composés à base de phosphate et ceux à base de phosphore et généralement de composés protéiques, et, également, à une diminution de la DBO (demande biologique en oxygène) et de la DCO (demande chimique en oxygène).

Le procédé de l'invention peut avantageusement comprendre après l'étape de coagulation une étape de floculation, de préférence à l'aide d'au moins un polyélectrolyte anionique.

De manière préférée (mais non limitative), le polyélectrolyte de type anionique susceptible d'être employé est un polyacrylamide anionique, un polyacrylate, un polyméthacrylate, un polycarboxylate, un polysaccharide (par exemple la gomme xanthane, la gomme guar, l'alginate) ou le chitosan.

On peut employer un mélange de polyélectrolytes du type anionique.

La quantité de polyélectrolytes employée dans cette étape est comprise, en général, entre 1 et 100 grammes, de préférence entre 2 et 30 grammes, exprimée en poids de polyélectrolyte sec, par m³ de déchets organiques (présents dans le milieu initial à traiter).

L'effluent issu de l'étape de floculation est généralement soumis à une opération de séparation liquide/solide (filtration en particulier) qui enlève les matières en suspension floculées.

L'opération d'ultrafiltration ou de microfiltration utilisée dans la présente invention est une technique connue qui fait partie des techniques séparatives à membranes dont la force motrice du transfert est un gradient de pression.

Elle est ici effectuée au moyen de tout dispositif d'ultrafiltration ou de microfiltration adéquat.

L'ultrafiltration ou la microfiltration utilisée dans la présente invention peut être frontale ou, de préférence tangentielle. Dans ce dernier cas, le principe de fonctionnement consiste en général à faire circuler sous pression l'effluent à traiter le long d'une membrane perméable au solvant mais imperméable aux solutés que l'on souhaite retenir.

La membrane employée pour effectuer l'opération d'ultrafiltration dans le procédé selon l'invention peut être organique ou inorganique.

Elle peut être homogène, asymétrique ou composite. Une membrane est dite asymétrique lorsque la couche permsélective ne représente qu'une très fine épaisseur de la membrane; par opposition, la membrane homogène constitue dans son ensemble la couche permsélective; un cas particulier de membrane asymétrique est la membrane composite obtenue en déposant la couche permsélective sur un support préexistant.

La configuration de la membrane employée est par exemple multicanale, tubulaire, spiralée ou plane.

Son seuil de coupure est généralement compris entre 0,001 et 0,5 μm .

5 On peut employer comme membrane dans le cadre de l'invention notamment une membrane minérale en zircone déposée sur un support en alumine, en acier inoxydable ou en carbone (par exemple de seuil de coupure 0,14 μm).

10 On peut également employer une membrane organique à base de polysulfone, de polyvinylidène fluoré ou de préférence à base de copolymères d'acrylonitrile (par exemple de seuil de coupure 40 kD).

On peut aussi utiliser une membrane minérale sur support monolithe telle que décrite dans la demande de brevet européen EP-A-0 585 152.

15 A l'issue de l'opération d'ultra- ou microfiltration on obtient un rétentat (ou concentrat) et un ultra- ou microfiltrat (ou perméat).

Le rétentat (ou concentrat) obtenu à l'issue de l'étape d'ultrafiltration ou de microfiltration peut être recyclé vers l'étape ou les étapes de séparation liquide/solide.

20 L'obtention d'un milieu contenant de préférence pas plus de 1 % en poids de matières sèches et ayant une turbidité de préférence d'au plus 200 NTU, préalablement à l'étape d'ultra- ou de micro-filtration, présente l'intérêt majeur d'opérer dans cette étape à un facteur de concentration volumique élevé, c'est-à-dire à un rapport (en volume)
25 effluent entrant/concentrat élevé. Ainsi, le débit de retentat (ou concentrat) issu de l'étape d'ultra- ou microfiltration qui est avantageusement recyclé vers l'étape ou les étapes de séparation liquide/solide est faible en rapport au débit d'effluent entrant. Il est constaté sur un effluent de lisier de porc que le débit de concentrat recyclé peut représenter 1/5 du débit entrant dès
30 lors que l'étape d'ultra ou microfiltration est alimentée à au plus 1 % en

poids de matières sèches et à une turbidité d'au plus 200 NTU.

L'effluent issu de l'étape d'ultra- ou microfiltration est ensuite soumis à une opération d'osmose inverse.

On obtient alors un second rétentat (ou concentrat) et un
5 second filtrat (ou perméat).

L'opération d'osmose inverse est une technique bien connue de l'homme de métier et fait partie des techniques séparatives à membranes dont la force motrice du transfert est un gradient de pression.

L'osmose inverse employée dans la présente invention est
10 de préférence tangentielle. Le principe de fonctionnement consiste à faire circuler l'effluent à traiter à une pression supérieure à sa pression osmotique le long d'une membrane perméable à l'eau mais imperméable aux solutés, matières organiques en solution et aux sels.

L'efficacité de la séparation peut être alors ajustée par le
15 choix des membranes, des pressions et du pH afin de produire un perméat final de qualité adaptée à son utilisation postérieure au traitement.

La configuration de la membrane peut être tubulaire, discoïde (en forme de disque), plane et de préférence spiralée.

La membrane employée pour effectuer l'opération d'osmose
20 inverse dans le procédé selon l'invention est de préférence organique, elle peut être supportée par un matériau organique ou inorganique. Elle est généralement de type acétate de cellulose et préférentiellement un mélange polysulfone-polyamide.

Le filtrat issu de l'étape d'osmose inverse est un liquide
25 incolore, inodore et dont la teneur en DBO/DCO éléments pathogènes et sels dissous, en particulier ammonium, potassium et phosphates permet notamment le rejet en milieu naturel tel que cours d'eau ou irrigation suivant les contraintes ou normes applicables localement.

Le rétentat (concentrat) issu de l'étape d'osmose inverse
30 contient les fractions légères de la matière organique dissoute de l'effluent

traité et les sels dissous.

Les concentrats des étapes de séparation liquide/solide et physico-chimique et de l'étape d'osmose inverse peuvent être réunis en vue de leur transformation en amendement organique et/ou engrais organique par fermentation aérobie (ou compostage).

Le procédé selon l'invention ne comprend pas, d'une manière générale, d'étape de traitement à l'aide d'un agent oxydant avant l'étape d'ultra- ou de micro-filtration, comme décrit dans FR 94 01 093.

Toutefois, il peut comprendre une telle étape notamment juste avant l'étape d'ultra- ou de micro-filtration.

L'agent oxydant utilisé est alors en général choisi dans le groupe formé par l'oxygène, les dérivés oxygénés, notamment les peroxydes (par exemple l'eau oxygénée, l'ozone), le chlore, les dérivés chlorés (par exemple le dioxyde de chlore, l'hypochlorite de sodium, l'hypochlorite de calcium, l'hypochlorite de potassium, le chlorite de sodium, le chlorate de sodium, l'eau de javel), le permanganate de potassium.

On peut employer un mélange d'agents oxydants.

On utilisera avantageusement l'eau de javel comme agent oxydant; la quantité d'eau de javel alors employée est alors généralement comprise entre 0,1 et 5 litres, de préférence entre 0,5 et 1 litre, par m³ de déchets organiques (présents dans le milieu initial à traiter).

Selon un mode de réalisation préférée le procédé de l'invention comprend successivement les étapes suivantes :

(A) la soumission de l'effluent liquide aqueux contenant des matières organiques et minérales à au moins une étape de séparation liquide-solide primaire, ce en quoi on obtient un premier concentrat et un filtrat,

(B) le traitement du filtrat issu de l'étape (A) à l'aide d'au moins un agent coagulant, éventuellement en présence d'au moins un acide,

(C) le traitement de l'effluent obtenu à l'issue de l'étape (B) à l'aide d'au moins un agent flocculant, de préférence au moins un polyélectrolyte anionique,

5 (D) la soumission de l'effluent obtenu à l'issue de l'étape (C) à au moins une étape de séparation liquide/solide primaire, ce en quoi on obtient un deuxième concentrat et un filtrat,

(E) la soumission du filtrat obtenu à l'issue de l'étape (D) à une ultra ou microfiltration sur membrane, ce en quoi on obtient un rétentat et un filtrat, le rétentat étant de préférence recyclé vers (en amont de)
10 l'étape (B),

(F) la soumission du filtrat issu de l'étape (E) à une opération d'osmose inverse, afin d'obtenir un perméat qui constitue la phase aqueuse épurée et un concentrat (rétentat),

(G) le mélange du concentrat issu de l'étape (A), du
15 concentrat issu de l'étape (D) et du concentrat issu de l'étape (F),

(H) éventuellement l'addition, au mélange issu de l'étape (G), d'un complément organique sous forme particulière, de façon à obtenir un mélange contenant de 20 à 40 % en poids de matières sèches, et

(I) la fermentation aérobie (ou compostage) du mélange
20 issu de l'étape (G) ou (H) jusqu'à obtenir un amendement organique et/ou un engrais organique ayant une teneur de 40 à 60 % en poids de matières sèches.

Dans ce mode de réalisation préféré, les moyens de séparation liquide/solide de la première étape (A) comprennent avantageusement
25 une centrifugeuse, un décanteur, une vis presseuse ou encore et préférentiellement, un tambour rotatif avec extracteur en continu du gâteau. Pour la vis presseuse ou le tambour rotatif, les grilles auront une dimension de passage comprise entre 25 μm et 1 mm, préférentiellement entre 50 et 200 μm .

30 Les moyens de séparation liquide/solide de l'étape (D)

après coagulation/floculation comprennent avantageusement un tambour filtrant, un tapis d'égouttage avec ou sans rouleaux de pressage, un décanteur si la densité des floccs produits le justifie ou encore un flottateur si la densité des floccs produits le justifie, une centrifugeuse ou encore un
5 filtre presse.

De préférence, une combinaison de deux de ces moyens sont mis en oeuvre dans l'étape (D). La première séparation liquide/solide de l'étape (D) fournit un concentrat à moyenne siccité (c'est-à-dire contenant au moins 4 % en poids de matières sèches) ; la seconde
10 séparation liquide/solide de l'étape (D) traite ce concentrat afin d'obtenir un concentrat à haute siccité (c'est-à-dire contenant au moins 15 % et de préférence au moins 20 % en poids de matières sèches). Le concentrat à moyenne siccité est avantageusement conditionné avant son traitement dans la deuxième séparation liquide/solide, de préférence par un condition-
15 nement chimique.

Un tel conditionnement chimique avec au moins un agent coagulant minéral, de préférence de formule 1 ou 2 définie précédemment, plutôt qu'un polyelectrolyte cationique présente l'avantage d'un apport supplémentaire en sulfate. De plus il permet de limiter l'ajout d'eau dans
20 le système qu'apporterait obligatoirement les doses élevées de produit organique en solution à 0,5 % à 1 %. Par ailleurs, le coagulant minéral permet de limiter la DCO de l'eau filtrée. Le conditionnement avec un agent coagulant minéral de type sel de fer ou d'aluminium est d'un grand intérêt par rapport au calcium souvent utilisé dans les boues urbaines. En effet,
25 ceci permet de limiter le pouvoir colmatant de l'effluent vis-à-vis des membranes. Il est ainsi possible d'obtenir des turbidités, au plus égales à 200 NTU similaires à celles obtenues à la première étape de coagulation. Un conditionnement chimique avec un agent coagulant minéral de la série précitée, combiné à une déshydratation sur table à rouleaux ou filtre presse
30 peut permettre d'atteindre une siccité supérieure à 25 % en poids de

matières sèches.

Le filtrat obtenu à l'issue de l'étape (D) contient au plus 3 %, de préférence au plus 1 % et notamment au plus 0,7 % en poids de matières sèches et présente une turbidité d'au plus 300 NTU, de préférence
5 d'au plus 200 NTU, en particulier d'au plus 120 NTU.

L'ensemble formé par le concentrat Ra de l'étape (A), le concentrat Rd de l'étape (D) et le concentrat (rétenant) Rf de l'étape (F) contiennent la très grande majorité des matières organiques et minérales en suspension et dissoutes de l'effluent traité y compris les composés N,
10 P, Mg, Fe, Cu, Zn des lisiers d'animaux.

Selon l'invention, l'ensemble des résidus solides Ra, Rd et Rf est utilisé pour l'élaboration d'un amendement et/ou engrais agricole organique par compostage (ou stabilisation biologique). Ce compostage consiste en une fermentation aérobie des matières organiques rapidement
15 fermentiscibles.

Cette fermentation aérobie se produit généralement comme suit.

L'ensemble des déjections animales est naturellementensemencé en micro-organismes de fermentation aérobie qui, dans les
20 conditions d'humidité et de température appropriées, se développent rapidement. Dans une première phase à basse température, les micro-organismes mésophiles ont une activité prédominante par rapport aux micro-organismes thermophiles. L'activité croissant, la température au sein de la matière augmente et, dans une deuxième phase, l'activité thermophile
25 devient prépondérante et fait atteindre une température (55/65° C) au coeur du volume de la matière, qui est la température optimale de fermentation. Cette température s'auto-régule. L'activité des micro-organismes aérobies nécessite un apport d'oxygène par l'aération soit naturelle, soit activée par aspiration ou insufflation d'air à travers la matière. Le bilan thermique de
30 cette activité est positif; le solde contribue à sécher par évaporation la

matière en cours de traitement. La gestion de ce procédé repose donc sur le contrôle du taux d'humidité et l'aération de la biomasse. Dans la pratique, la transformation de l'ensemble de la matière peut être obtenue par retournement et mélange de celle-ci dès que la température à coeur atteint le palier de 55/65° C.

Le déclenchement de la fermentation aérobique se fait en général lorsque la matière présente un taux d'humidité compris entre 60 et 80 % (soit 20 à 40 % en poids de matières sèches).

Les concentrats obtenus avec le procédé de la présente invention ont avantageusement les teneurs pondérales suivantes en matière sèche :

Ra > 25%
Rd > 15 %
Rf > 2 %.

Les conditions de démarrage de fermentation aérobique sont obtenues si nécessaire par complémentation avec une matière organique à siccité élevée, c'est-à-dire supérieure à celle du mélange des résidus.

Pour cette complémentation, on utilise préférentiellement un coproduit agricole ou silvicole tel que paille hachée, écorce (broyée ou non), sciure ou encore une matière organique fossile telle que la tourbe. Cette matière présente une granulométrie et une composition qui procurent au mélange une bonne homogénéisation de l'humidité par absorption de l'eau du concentrat et une aération suffisante pour étant disposée en tas assurer l'apport d'oxygène de la biomasse.

Pour un lisier brut ayant de 1,5 à 5 % en poids de matières sèches, la Demanderesse a constaté que le mélange de ces trois concentrats présente une teneur en matières sèches d'au moins 15 % et notamment d'au moins 20 % en poids.

La complémentation, par exemple avec 15 % en poids de sciure de bois à 90 % de matières sèches et tamisée à 3 mm procure un

mélange de bonne coulabilité et à structure aérée, ce qui est recherché pour l'étape de fermentation aérobie; le mélange pourrait alors contenir environ 30 % en poids de matières sèches.

En général, la stabilisation de manière homogène de l'ensemble de la biomasse est obtenue dans un premier temps par deux ou trois retournements et mélange espacés d'environ une à deux semaines où les matières facilement fermentiscibles sont consommées et dans un deuxième temps par maturation qui poursuit la fermentation qui s'opère plus lentement et nécessite un ou deux retournements complémentaires. Une stabilisation adéquate peut être obtenue par une aération naturelle sur une période totale de 4 à 16 semaines suivant la matière de complémentation utilisée. L'amendement obtenu est alors stocké et prêt à être utilisé, avec ou sans conditionnement préalable, avec les moyens classiques.

Le procédé selon l'invention sera mieux compris grâce à la description détaillée qui suit, pour laquelle on se réfèrera aux figures annexées, sur lesquelles :

- la figure 1 représente un schéma général de la première partie du procédé selon l'invention,
- la figure 2 représente le schéma général d'un mode de réalisation d'une partie d'une installation pour la mise en oeuvre du procédé de traitement selon l'invention,
- la figure 3 représente le schéma général d'un mode de réalisation d'une deuxième partie d'une installation pour la mise en oeuvre du procédé de traitement selon l'invention.

Comme représenté sur la figure 1, l'effluent liquide aqueux contenant des matières organiques et minérales, tel qu'un lisier, provenant d'un réservoir de stockage S, est tout d'abord soumis à une étape A de séparation liquide/solide primaire qui fournit d'une part un filtrat et d'autre part un concentrat Ra.

Le concentrat Ra est envoyé vers une zone de mélange M

de matières solides, tandis que le filtrat est envoyé vers une zone B de coagulation dans laquelle est introduite, éventuellement après mélange avec un acide, une solution d'un ou plusieurs agents coagulants provenant d'un réservoir B1.

5 L'effluent sortant de la zone B est ensuite traité dans une zone C par une solution d'agent flocculant provenant d'un réservoir C1. Cette solution peut être préalablement mélangée avec une partie P de l'effluent liquide épuré L.

10 L'effluent sortant de la zone C est envoyé à une zone D de filtration qui fournit d'une part un filtrat qui est envoyé vers une zone d'ultra- ou microfiltration E et, d'autre part, un concentrat qui est envoyé vers une zone de déshydratation J pour fournir un concentrat déshydraté Rd qui est envoyé vers la zone de mélange M, tandis que l'effluent liquide de la zone de déshydratation est renvoyé vers la zone E.

15 L'ultrafiltration ou la microfiltration dans la zone E fournit un filtrat qui est envoyé à une zone F de traitement par osmose inverse tandis que le rétentat de la zone E est recyclé en amont de la zone B.

20 La zone F fournit d'une part un perméat qui constitue un effluent épuré dont une partie P peut être recyclée, comme vu précédemment, tandis que le concentrat Rf est envoyé à la zone de mélange M.

On décrira maintenant de façon plus détaillée une installation pour la mise en oeuvre du procédé.

Comme représenté sur la figure 2, le milieu à épurer est pompé par une pompe 1 depuis la fosse 2 jusqu'à un tambour rotatif 3.

25 Ce tambour rotatif comporte une enveloppe composée d'une succession de lamelles de section triangulaire dont le sommet est dirigé vers l'extérieur en acier inoxydable. Elles ménagent entre elles un intervalle de passage compris entre 50 et 150 μm . A l'intérieur du tambour un système d'extraction permet l'extraction en continu du concentrat soumis
30 par la rotation à un fort égouttage procuré par une accélération d'environ

25 g (250 m/s^2).

Le tambour rotatif peut être aussi remplacé par une vis de pressage avec une grille de passage comprise entre 50 et 200 μm . Préférentiellement, il sera opté pour le tambour qui procure une meilleure
5 siccité du concentrat contenant de 25 à 35 % de matières sèches et un taux de capture de 30 à 60 % de matières en suspension du lisier entrant.

L'étape (A) de séparation liquide/solide est effectuée en continu. La capacité de traitement de l'étape (A) est ajustée à la capacité des étapes ultérieures. L'ajustement est opéré d'abord par le réglage du
10 débit de la pompe 1, puis, si nécessaire, à l'aide de la capacité de stockage du bac 3' muni d'un indicateur du niveau qui assure si besoin l'arrêt momentané de l'étape (A) (pompe 1 et système d'entraînement du tambour) et d'un trop plein de sécurité connecté à la fosse 2.

La fosse 2 peut, si besoin est, être munie d'un système de brassage discontinu qui procure l'homogénéisation de l'effluent.
15

Les solides séparés dans l'étape (A) sont convoyés par un dispositif automatique constitué d'un tapis 4 vers une aire de stockage 5 ou tombent par gravité sur l'aire de stockage 5 suivant la disposition des équipements. S'il y a égouttage, le retour des liquides est fait vers l'étape (A).

20 L'effluent obtenu à l'issue de l'étape (A) est ensuite pompé par l'intermédiaire de la pompe 6 vers un coagulateur 7.

L'agent coagulant est injecté dans le coagulateur 7, à partir d'un réservoir 8 de stockage, l'agent coagulant ayant été ou non acidifié à l'aide d'acide sulfurique.

25 Le coagulateur 7 est en général constitué d'un réacteur assurant un mélange intime entre l'effluent et l'agent coagulant. Ledit réacteur peut être alors muni de pales axiales permettant d'assurer une vitesse de rotation périphérique comprise entre $0,5$ et 7 ms^{-1} , avantageusement entre $0,8$ et 5 ms^{-1} ou consister en un mélangeur statique; le
30 coagulateur 7 peut être prolongé d'un tube en serpentin 9 permettant un

temps de contact du milieu avec l'agent coagulant compris entre 10 sec. et 15 min., avantageusement entre 30 sec. et 2 min.

Après l'étape (B), le milieu à traiter est acheminé vers l'étape (C) de floculation.

5 L'appareil 10 utilisé pour la floculation est identique au coagulateur 7 de l'étape (B) à l'exception près, lorsqu'on utilise des éléments mobiles pour le mélange, que la vitesse de rotation des pales est plus faible et se situe dans l'intervalle de $0,4$ à 3 ms^{-1} , avantageusement de $0,7$ à $1,5 \text{ ms}^{-1}$.

10 En amont du flocculateur 10 est injecté l'agent flocculant à partir d'un réservoir 11 de stockage.

Si des éléments mobiles sont employés pour le mélange, l'entraînement des axes du coagulateur 7 et du flocculateur 10 peut être avantageusement assuré par le même moteur.

15 A l'étape (D), l'effluent obtenu à l'issue de l'étape (C) subit une opération de séparation liquide/solide.

Le dispositif de séparation liquide/solide 12 utilisé à cette fin est constitué d'un tambour rotatif (à support filtrant 13), d'un décanteur si la densité des floccs le justifie (> 1) ou encore d'un flottateur ou hydrocylone si densité < 1 . Dans le cas d'un lisier d'animaux, le dispositif est
20 avantageusement choisi parmi les dispositifs tel que flottateur ou hydrocylone. Le filtrat est récupéré dans une cuve 14.

Avec un flottateur statique, le concentrat atteint une siccité d'au moins 4 % et généralement d'au moins 6 % de matières sèches et le
25 filtrat a de préférence une teneur en matières sèches d'au plus 1 % en poids.

Le concentrat (ou boue) est convoyé par tapis, goulotte ou pompage vers le déshydrateur 15 après avoir été éventuellement conditionné, de préférence avec un agent coagulant minéral 16. Le dispositif de
30 déshydratation utilisé à cette fin est en général constitué d'une centrifugeuse.

se, d'une bande presseuse, ou d'un filtre presse ou d'un tapis d'égouttage à rouleaux.

5 Il a été réalisé des essais de conditionnement chimique par coagulation qui mettent en évidence un accroissement élevé de la déshydratation par rapport à la déshydratation obtenue sans un tel conditionnement.

10 La quantité d'agent coagulant minéral utilisé pour le conditionnement chimique dépend de la teneur en matières sèches du concentrat. Ainsi, plus la teneur en matières sèches du concentrat est élevée, plus la quantité d'agent coagulant est élevée. Par exemple, pour des teneurs en matières sèches de 10 % en poids on utilise avantageusement 45 kg de solution commerciale de coagulant du type sel de fer ou d'aluminium par tonne de concentrat à conditionner et pour des teneurs en matières sèches de 6,6 % en poids, on utilise avantageusement 30 kg de solution commerciale de coagulant du type sel de fer ou d'aluminium par tonne de concentrat à conditionner.

20 Ces essais attestent de la réduction de la résistance à la déshydratation à la filtration procuré par le conditionnement chimique. De telles valeurs obtenues sur test de filtrabilité capillaire [CST(1)] permettent suivant l'état de l'art des filtres presses de conduire à une siccité du gâteau de filtration avec filtre presse d'au moins 25 % en poids.

Le concentrat du déshydrateur est convoyé par goulotte ou tapis 17 ou encore par gravité sur l'aire 5 rejoignant le concentrat de l'étape A.

25 L'effluent liquide du déshydrateur 15 est renvoyé par un conduit 18 dans la cuve 14 comportant un trop plein 19 qui retourne dans le bac 3'. L'effluent de la cuve 14 est acheminé vers l'étape (E) où il est soumis à une ultrafiltration.

30 De préférence, l'ultrafiltration est tangentielle et réalisée de façon connue en soi sur un dispositif d'ultrafiltration 21 comportant un

module d'ultrafiltration 22 équipé d'une membrane organique en copolymères d'acrylonitrile ayant un seuil de coupure de 40 kD, ainsi que de manière connue une pompe d'alimentation 23 et une pompe de recirculation 24 ainsi qu'une boucle de recirculation 25.

5 Le rétentat obtenu à l'issue de l'étape (E) est recyclé par une conduite 26 vers le bac 3'.

L'effluent issu de l'étape d'ultrafiltration (E) peut être utilisé en agriculture ou rejeté dans un réseau de collecte d'eau usée ou recueilli dans une cuve 27 à partir de laquelle il est acheminé vers l'étape (F) où il
10 est soumis à une osmose inverse.

Si besoin est, jusqu'à ce que le module d'ultrafiltration 21 atteigne un palier de fonctionnement optimal, l'effluent (perméat) 25' est recyclé vers la cuve 14 par une conduite 28.

Le dispositif d'osmose inverse 29 utilisé selon l'invention
15 comporte de façon connue une membrane d'osmose inverse de type connu, de forme spiralée constituée d'un mélange polysulfone-polyamide déposée sur un support organique, ainsi qu'une pompe d'alimentation 31 et une boucle de recirculation 32.

L'osmose inverse est de préférence de type tangentiel. Le
20 perméat obtenu à l'issue de cette étape est stocké dans une cuve 33 et son utilisation dépend des conditions d'exploitation et des contraintes locales. Sans agents pathogènes, incolore et sans odeur, il peut être utilisé comme eau technique. Dans l'exploitation sur une porcherie, il pourra pour partie être recyclé dans le lavage des locaux et fosses sous caillebotis pour partie
25 utilisé en irrigation et/ou si les conditions locales le permettent, rejeté en milieu naturel.

Le rétentat 34 obtenu au cours de cette opération d'osmose inverse peut être convoyé vers l'aire de stockage 5 ou vers un bac de stockage séparé.

30 Le procédé selon l'invention est un procédé qui, de l'étape

(A) à l'étape (F), peut être effectué en continu.

Il peut être utilisé directement sur le site producteur des effluents et s'adapte à tous les types de débit sans obligation de collecte préalable.

5 En variante, l'osmose inverse peut être réalisée de façon discontinue à partir de deux cuves telles que 27 qui sont alimentées successivement.

10 La transformation des concentrats provenant des étapes séparation concentration (A) à (F) et stockés sur l'aire de stockage 5 est illustrée sur la figure 3.

Cette phase, à l'inverse de la première, est discontinue.

15 L'ensemble des concentrats des étapes (A), (D) et (F) sont rassemblés sur la zone de stockage 5. Cet ensemble est convoyé vers un mélangeur 51. En parallèle des matières complémentaires constitués par un complément organique sous forme particulière (tel que sciure de bois, écorce broyée, paille hachée ou tourbe) stockées sur une aire 52 sont envoyées vers le mélangeur 51. Le mélange dont on a ajusté la siccité en réglant le pourcentage de complément organique ajouté est mis sur une aire 53 sous forme d'andain 54.

20 Pour faciliter la compréhension, il est ici décrit une technique de traitement par andain. Dans ce cas, la matière avance physiquement dans l'aire de transformation. Bien entendu, il peut être employé un traitement dans lequel la matière reste sur place tout au long de la transformation, avec des cycles de mélange/retournement comme indiqués ci-après pour les andains.

25 La température à coeur de l'andain doit atteindre de préférence 55/65° C. Il est mélangé par retournement pour constituer l'andain 55, l'andain précédent ayant été retourné pour constituer l'andain 56. De même, l'andain précédemment à la place de l'andain 56 est retourné sous forme d'andain 57 pour achever sa maturation.

30

Les jus d'égouttage (s'il y en a) et les eaux de ruissellement de pluie sur l'aire 53 (si elle est non couverte) sont recueillis dans une fosse 58. Lorsque celle-ci est pleine, une pompe 59 la vide en déversant par un système d'aspersion 61 les jus sur les andains 55, 56.

5 A l'issue de la stabilisation, l'ensemble du concentrat et du complément organique est transformé en un amendement organique ou un engrais organique (suivant la teneur en N, P et K du mélange de concentrats) et le degré d'humidité final obtenu.

10 L'amendement peut être complété en éléments minéraux afin d'obtenir la composition souhaitée en minéral.

Ainsi, à l'issue du traitement global du procédé, l'effluent est transformé en une phase aqueuse épurée et en un produit agricole dont l'utilisation est parfaitement maîtrisée et qui permet d'amender les sols cultivés dans un respect total de l'environnement.

15 Suivant les volumes des effluents à traiter :

- les étapes (A) à (F) peuvent être effectuées à la source sans nécessité de transport collectif lourd ou en regroupant plusieurs sources d'effluents très proches de l'installation de traitement;

20 - l'étape (I) (fermentation aérobie) peut être effectuée sur le même lieu ou sur une plateforme collectant des concentrats issus de concentrateurs voisins.

25 Le procédé selon l'invention peut être utilisé pour épurer les milieux (ou effluents) contenant des déjections organiques, notamment des lisiers d'animaux, en particulier du type bovin, avicole, ovin ou porcin. Il est par exemple avantageusement employé pour le traitement du lisier de porc, et ce directement sur le lieu de l'exploitation agricole concernée.

Le procédé selon l'invention peut aussi s'appliquer au traitement des effluents provenant d'industries agro-alimentaires.

30 Les avantages du procédé selon l'invention sont notamment:

- le procédé selon l'invention est un procédé physique dont la mise en route est immédiate et permettant à l'inverse des procédés biologiques des arrêts de son fonctionnement lorsque cela est souhaitable;
- le procédé de l'invention peut être adapté à toutes les capacités de milieu à traiter (d'une centaine de litres/jour à plusieurs dizaines de m³/jour);
- il met en oeuvre des techniques à membrane permettant une épuration totale et une gestion locale aisée du liquide épuré;
- il n'est pas sensible à la présence d'agents bactéricides dans l'effluent à l'inverse d'autres procédés tels que les bioprocédés;
- il n'est pas sensible aux variations climatiques à l'inverse d'autres procédés tels les bioprocédés;
- l'enchaînement des étapes successives permet un fonctionnement optimisé, autorisant des flux élevés sur les membranes et un espacement important des phases de lavage.

On donnera ci-après un exemple de mise en oeuvre du procédé selon l'invention à l'aide d'une installation du type représenté sur les figures 2 et 3.

EXEMPLE 1

On traite un lisier de porc ayant les caractéristiques suivantes :

DCO	21000 ppm
NTK (azote total)	1960 ppm
N NH ₄ (azote sous forme NH ₄)	1400 ppm
PO ₄	2630 ppm
Extrait sec (105° C) (en poids)	1,88 %.

Traitement de la phase liquide

Du lisier de porc (introduit à raison de 1230 kg/h) subit une séparation liquide/solide en l'étape (A) à l'aide d'un tambour rotatif avec une accélération de 25 g avec extraction de concentrat en continu équipé d'une grille de 50 micromètres. Le concentrat (10 kg/h) a un extrait sec (105° C) de 26 %. Le filtrat (1220 kg/h) obtenu a les caractéristiques suivantes :

Extrait sec à 105° C	1,60 % en poids
DCO	18000 ppm
NTK (azote total)	1710 ppm
N NH ₄	1400 ppm
PO ₄	2410 ppm.

Le filtrat de l'étape (A) est soumis à une coagulation (étape (B)) sous agitation à l'aide d'une solution d'agents coagulants introduite à raison de 6 l/h.

La solution d'agents coagulants comprend :

Polychlorure de diallyl-diméthyl-ammonium à 50% de matières sèches (10 % vol.)

Sulfate d'alumine à 8,2 % d'Al₂O₃ (37,5 % vol.)

Acide sulfurique à 96 % (10 % vol.)

Eau (q.s.p.)

L'effluent ainsi coagulé est floculé en l'étape (C) par introduction, à raison de 15 l/h, d'une solution de flocculant de type copolymère d'acrylamide et acrylate de sodium dosé à 1,2 g de matière active par litre d'eau.

En l'étape (D), la première séparation liquide/solide à l'aide d'un flottateur produit un filtrat (1064 kg/h) ayant les caractéristiques suivantes :

ES 105° C	0,54 %
DCO	1200 ppm
NTK	1260 ppm

26

N NH ₄	1160 ppm
Turbidité instantanée	20 NTU
PO ₄	190 ppm.

5 Les boues séparées à l'aide du flottateur (156 kg/h) présentent un extrait sec (105° C) de 5,24 %. Après stockage sur une aire drainée pendant 24 heures, la siccité atteint 11,5%; les boues sont alors mélangées avec un polymère cationique de haut poids moléculaire à raison de 1 kg/t de boue à 10 % d'extrait sec. Après filtration sous vide, on obtient un concentrat ayant un extrait sec (105° C) de 21,5 %.

10 L'ensemble des filtrats de l'étape (D) est ensuite soumis à une ultrafiltration (étape (E)) à l'aide de membranes organiques en copolymères d'acrylonitrile ayant un seuil de coupure de 40 Kd, pour donner un ultrafiltrat ayant un extrait sec (105° C) de 0,4 % et une turbidité instantanée de 15 NTU.

15 L'ultrafiltrat est ensuite traité par osmose inverse avec un facteur de concentration d'environ 10 (étape (F)).

On obtient alors un concentrat (112 kg/h) ayant un extrait sec de 5,2 % et un perméat (922 kg/h) ayant les caractéristiques suivantes:

DCO	400 ppm
20 NTK	146 ppm
N NH ₄	124 ppm
PO ₄	< 10 ppm
Turbidité	< 1 NTU.

25 Ce perméat (phase aqueuse épurée) peut être utilisé comme eau technique dans le cadre d'activités agricoles ou d'élevage.

L'ensemble des concentrats des étapes (A), (D) et (F) ayant respectivement des extraits secs de 26, 21,5 et 5,2 % sont réunis pour former une masse (160 kg/h) ayant un extrait sec d'environ 10,5 %.

30 A ces 160 kg de concentrat on ajoute 60 kg d'un complément organique à 70 % en poids d'extrait sec constitué de paille hachée ou

d'écorce.

On forme un mélange (220 kg) contenant environ 27 % en poids d'extrait sec.

- 5 Par fermentation aérobie, on obtient un amendement organique à 45 % en poids de matières sèches, contenant la quasi totalité de l'azote et du phosphore présents initialement dans le lisier brut.

REVENDICATIONS

1. Procédé de traitement d'un effluent liquide aqueux contenant des matières organiques et minérales et notamment du lisier, cet effluent ayant une teneur d'au plus 12 % en poids en matières sèches, afin
- 5 d'obtenir d'une part une phase liquide aqueuse épurée et, d'autre part, un amendement organique et/ou un engrais organique solides, procédé qui comprend :
- la soumission de l'effluent à une ou plusieurs étapes de séparation liquide/solide primaire et éventuellement une ou plusieurs étapes de traite-
 - 10 ments physico-chimiques, ce en quoi on obtient d'une part un milieu liquide ne contenant pas plus de 3 % en poids de matières sèches et ayant une turbidité d'au plus 300 NTU et, d'autre part, un ensemble de concentrats contenant au total au moins 15 % en poids de matières sèches ;
 - la soumission du milieu liquide ainsi obtenu à une étape d'ultra- ou micro-
 - 15 filtration, ce en quoi on obtient un ultra- ou microfiltrat contenant au plus 1 % en poids de matières sèches et ayant une turbidité d'au plus 100 NTU;
 - la soumission de l'ultra-ou du microfiltrat à une opération d'osmose inverse, ce en quoi on obtient un concentrat et un perméat, ce perméat constituant la phase aqueuse épurée ;
 - 20 - éventuellement, l'addition et le mélange avec l'ensemble des concentrats d'un complément organique sous forme particulière, de façon à obtenir un mélange contenant de 20 à 40 % en poids de matières sèches, et
 - la fermentation aérobie dudit mélange jusqu'à obtenir un amendement organique et/ou un engrais organique ayant une teneur de 40 à 60 % en
 - 25 poids de matières sèches.
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le rétentat de l'étape d'ultra- ou de microfiltration est recyclé vers l'étape ou les étapes de séparation liquide/solide.
3. Procédé selon la revendication 1, qui comprend
- 30 successivement les étapes suivantes :

(A) la soumission de l'effluent liquide aqueux contenant des matières organiques et minérales à au moins une étape de séparation liquide-solide primaire, ce en quoi on obtient un premier concentrat et un filtrat,

5 (B) le traitement du filtrat issu de l'étape (A) à l'aide d'au moins un agent coagulant,

(C) le traitement de l'effluent obtenu à l'issue de l'étape (B) à l'aide d'au moins un agent floculant, de préférence au moins un polyélectrolyte anionique,

10 (D) la soumission de l'effluent obtenu à l'issue de l'étape (C) à au moins une étape de séparation liquide/solide primaire, ce en quoi on obtient un deuxième concentrat et un filtrat,

(E) la soumission du filtrat obtenu à l'issue de l'étape (D) à une ultra ou microfiltration sur membrane, ce en quoi on obtient un rétentat et un filtrat,

15 (F) la soumission du filtrat issu de l'étape (E) à une opération d'osmose inverse, afin d'obtenir un perméat qui constitue la phase aqueuse épurée et un concentrat (rétentat),

20 (G) le mélange du concentrat issu de l'étape (A), du concentrat issu de l'étape (D) et du concentrat de l'étape (F),

(H) éventuellement l'addition, au mélange issu de l'étape (G), d'un complément organique sous forme particulière, de façon à obtenir un mélange contenant de 20 à 40 % en poids de matières sèches, et

25 (I) la fermentation aérobie du mélange issu de l'étape (G) ou (H) jusqu'à obtenir un amendement organique et/ou un engrais organique ayant une teneur de 40 à 60% en poids de matières sèches.

30 4. Procédé selon la revendication 3, dans lequel l'étape (B) est effectuée, éventuellement en présence d'au moins un acide, à l'aide d'au moins un agent coagulant minéral ou d'au moins un agent coagulant organique.

5. Procédé selon la revendication 3, dans lequel l'étape (B) est effectuée à l'aide d'un mélange formé d'au moins un agent coagulant minéral, d'au moins un agent coagulant organique et d'au moins un acide.

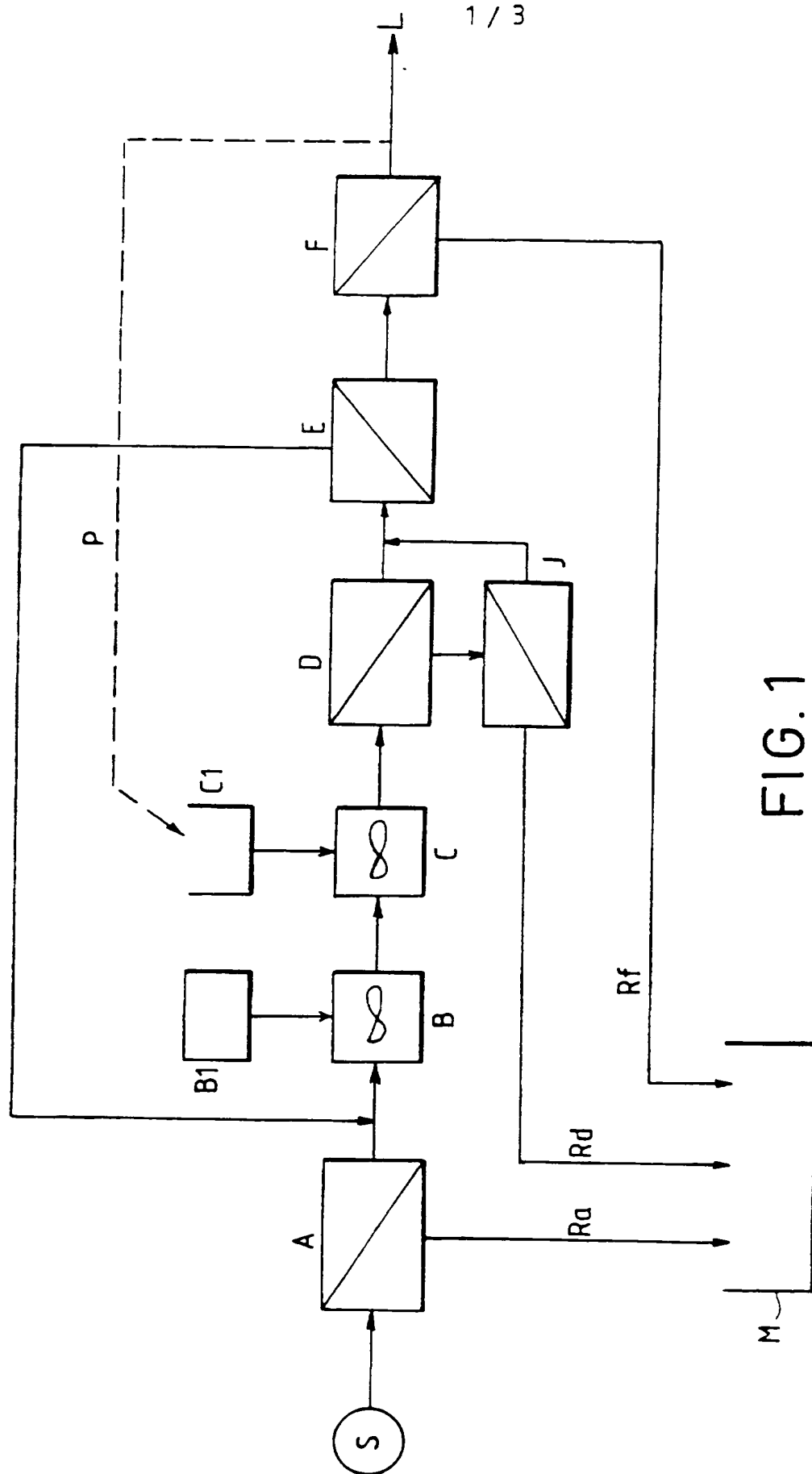
5 6. Procédé selon l'une des revendications 4 et 5, dans lequel ledit agent coagulant organique est un polyélectrolyte cationique.

7. Procédé selon l'une des revendications 3 à 6, dans lequel le rétentat obtenu à l'issue de l'ultra- ou microfiltration est recyclé vers l'étape (B).

10 8. Procédé selon l'une des revendications 3 à 7, dans lequel l'étape (D) comprend une première séparation liquide/solide fournissant un concentrat à moyenne siccité contenant au moins 4 % en poids de matières sèches et une deuxième séparation liquide/solide qui traite ce concentrat afin d'obtenir un concentrat contenant au moins 15 % en poids de matières sèches.

15 9. Procédé selon la revendication 8, comprenant un conditionnement du concentrat obtenu par la première séparation liquide/solide avant son traitement dans la deuxième séparation liquide/solide.

20 10. Procédé selon la revendication 9, dans lequel ledit conditionnement est un conditionnement chimique, de préférence par au moins un agent coagulant minéral.



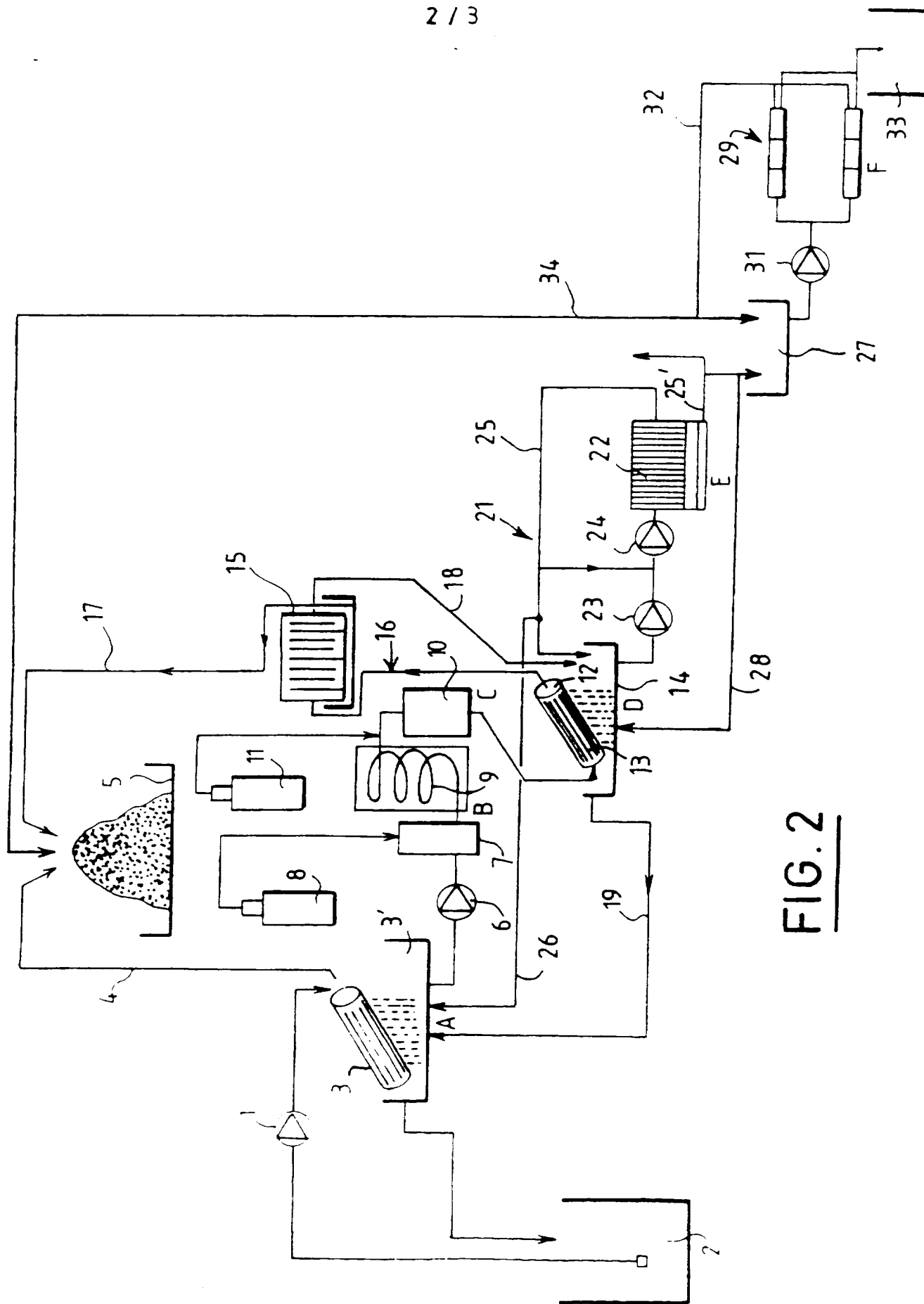
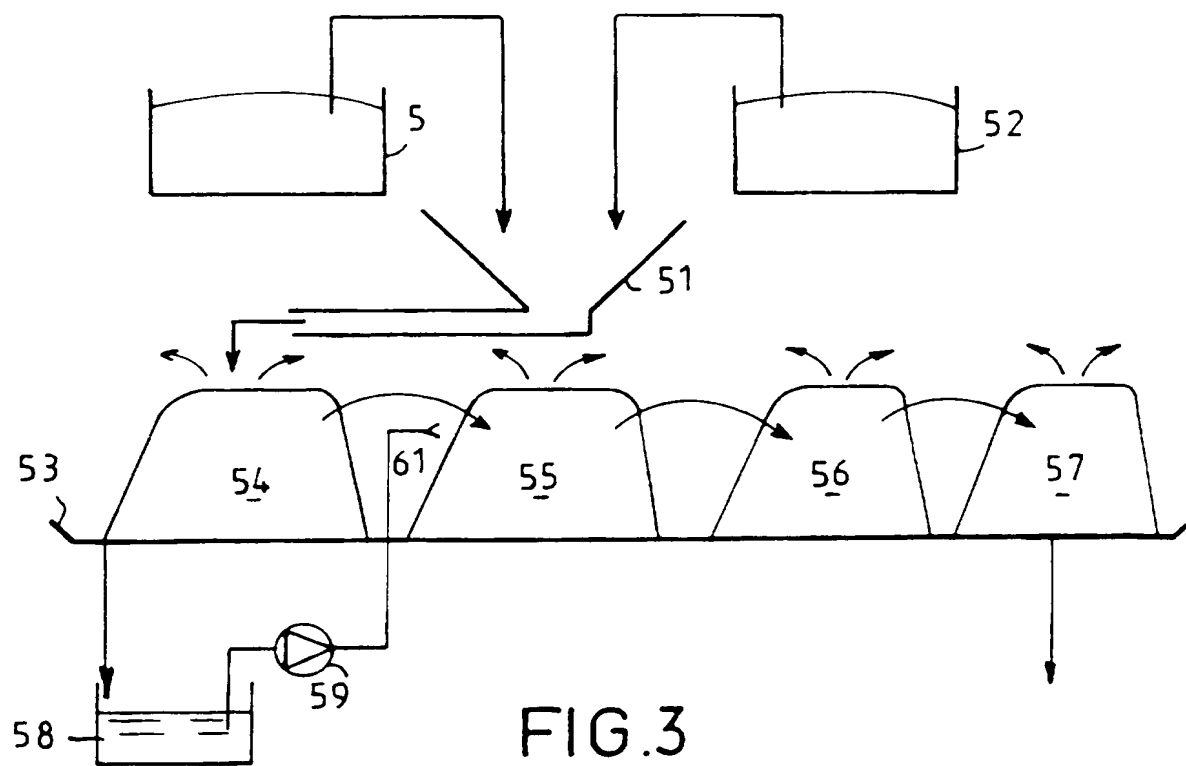


FIG. 2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 97/00166

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 6 C05F3/00 C02F9/00 C02F1/44

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 C05F C02F C01F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 95 21140 A (G C M GEODETICS CONSTRUCTION M ; VOS CESAR ACHIEL MAURICE DE (BE);) 10 August 1995 see claims see page 2, line 8 - page 8, line 25 ---	1-3,8,9
Y	EP 0 490 859 A (TREATMENT TECH FOR SLUDGES N V ; AVEVE NV (BE)) 17 June 1992 see the whole document ---	1-3,8,9
A	EP 0 315 713 A (OPBERGEN JOSEF GMBH & CO) 17 May 1989 see claims see column 3, line 9 - column 6, line 45 --- -/--	1,3-6,8, 10



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

*** Special categories of cited documents :**

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

7 April 1997

Date of mailing of the international search report

12.05.97

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+ 31-70) 340-3016

Authorized officer

RODRIGUEZ FONTAO, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 97/00166

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 426 219 A (BS WATERSYSTEMS B V) 8 May 1991 see claims see column 3, line 20 - column 4, line 16 ---	1,3,4,8, 9
A	EP 0 396 390 A (KIM HONG GI) 7 November 1990 see claims -----	1,3,4, 8-10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 97/00166

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9521140 A	10-08-95	BE 1008005 A AU 1571995 A	05-12-95 21-08-95
EP 0490859 A	17-06-92	BE 1004101 A	22-09-92
EP 0315713 A	17-05-89	DE 3788130 D	16-12-93
EP 0426219 A	08-05-91	NL 8902517 A	01-05-91
EP 0396390 A	07-11-90	CA 2015962 A CN 1048207 A JP 3207499 A	03-11-90 02-01-91 10-09-91

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dem. de Internationale No

PCT/FR 97/00166

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 6 C05F3/00 C02F9/00 C02F1/44

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 6 C05F C02F C01F

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	WO 95 21140 A (G C M GEODETICS CONSTRUCTION M ; VOS CESAR ACHIEL MAURICE DE (BE);) 10 Août 1995 voir revendications voir page 2, ligne 8 - page 8, ligne 25 ---	1-3,8,9
Y	EP 0 490 859 A (TREATMENT TECH FOR SLUDGES N V ; AVEVE NV (BE)) 17 Juin 1992 voir le document en entier ---	1-3,8,9
A	EP 0 315 713 A (OPBERGEN JOSEF GMBH & CO) 17 Mai 1989 voir revendications voir colonne 3, ligne 9 - colonne 6, ligne 45 --- -/-	1,3-6,8, 10

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

X document particulièrement pertinent, l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

Y document particulièrement pertinent, l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

A document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

7 Avril 1997

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

12.05.97

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

RODRIGUEZ FONTAO, M

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

PCT/FR 97/00166

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Categorie	Identification des documents cites, avec, le cas echeant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visees
A	EP 0 426 219 A (BS WATERSYSTEMS B V) 8 Mai 1991 voir revendications voir colonne 3, ligne 20 - colonne 4, ligne 16 ---	1,3,4,8, 9
A	EP 0 396 390 A (KIM HONG GI) 7 Novembre 1990 voir revendications -----	1,3,4, 8-10

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale No

PCT/FR 97/00166

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 9521140 A	10-08-95	BE 1008005 A AU 1571995 A	05-12-95 21-08-95
EP 0490859 A	17-06-92	BE 1004101 A	22-09-92
EP 0315713 A	17-05-89	DE 3788130 D	16-12-93
EP 0426219 A	08-05-91	NL 8902517 A	01-05-91
EP 0396390 A	07-11-90	CA 2015962 A CN 1048207 A JP 3207499 A	03-11-90 02-01-91 10-09-91

